

DIALOG(R)File 345:Inpadoc/Fam.& Legal Stat

(c) 2004 EPO. All rts. reserv.

13986607

Basic Patent (No,Kind,Date): JP 9235546 A2 19970909 <No. of Patents: 002>

**LUMINESCENT ELEMENT** (English)

Patent Assignee: TORAY INDUSTRIES

Author (Inventor): HIMESHIMA YOSHIO; KOHAMA TORU; FUJIMORI SHIGEO

IPC: \*C09K-011/06; C07D-215/26; H05B-033/14

CA Abstract No: \*127(21)301073J; 127(21)301073J

Derwent WPI Acc No: \*C 97-498543; C 97-498543

Language of Document: Japanese

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applic No	Kind	Date	
<b>JP 9235546</b>	A2	19970909	JP 96348495	A	19961226	(BASIC)
JP 3129216	B2	20010129	JP 96348495	A	19961226	

Priority Data (No,Kind,Date):

JP 96348495 A 19961226

JP 95338677 A 19951226

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2004 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

05620746      \*\*Image available\*\*

LUMINESCENT ELEMENT

PUB. NO.:      **09-235546** [JP 9235546 A]

PUBLISHED:      September 09, 1997 (19970909)

INVENTOR(s):   HIMESHIMA YOSHIO

                 KOHAMA TORU

                 FUJIMORI SHIGEO

APPLICANT(s): TORAY IND INC [000315] (A Japanese Company or Corporation),  
                 JP (Japan)

APPL. NO.:      08-348495 [JP 96348495]

FILED:           December 26, 1996 (19961226)

INTL CLASS:     [6] C09K-011/06; C07D-215/26; H05B-033/14

JAPIO CLASS:    13.9 (INORGANIC CHEMISTRY -- Other); 14.1 (ORGANIC CHEMISTRY  
                 -- Organic Compounds); 43.4 (ELECTRIC POWER -- Applications)

JAPIO KEYWORD: R003 (ELECTRON BEAM); R124 (CHEMISTRY -- Epoxy Resins); R125  
                 (CHEMISTRY -- Polycarbonate Resins)

**ABSTRACT**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a luminescent element emitting blue light in high stability and luminance even at a low electric current and useful for display element, back light, electronic camera, etc., by sandwiching a luminescent layer containing a specific compound between an anode and a cathode.

**SOLUTION:** This luminescent element is produced by sandwiching a luminescence-controlling substance layer containing a compound of formula (R(sub 1) to R(sub 6) are each H, a halogen, a (cyclo)alkyl, a fluoroalkyl, an alkoxy, etc.; R is an electron-attracting group such as pyridyl, pyrimidine or pyridazyl; M is a  $\geq 2$ -valent metal such as beryllium, magnesium, aluminum or gallium; (n) is a number obtained by subtracting one from the valence of M) (e.g. bis(2,4- dimethyl-8-quinolinolato)-3-pyridinol atoaluminum) between an anode and a cathode.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-235546

(43) 公開日 平成9年(1997)9月9日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 11/06			C 0 9 K 11/06	Z
C 0 7 D 215/26			C 0 7 D 215/26	
// H 0 5 B 33/14			H 0 5 B 33/14	

審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願平8-348495	(71) 出願人	000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
(22) 出願日	平成8年(1996)12月26日	(72) 発明者	姫島 義夫 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
(31) 優先権主張番号	特願平7-338677	(72) 発明者	小濱 亨 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
(32) 優先日	平7(1995)12月26日	(72) 発明者	藤森 茂雄 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 発光素子

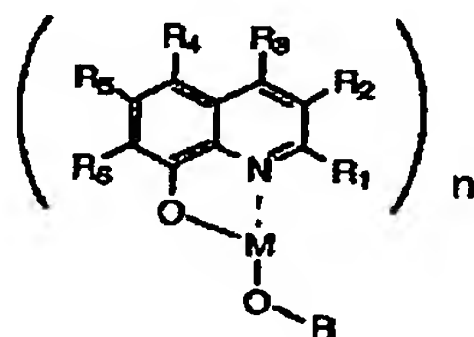
(57) 【要約】

た数である)

【課題】 電気エネルギーの利用効率の高い青色発光素子を提供する。

【解決手段】 陽極と陰極の間に発光を司る物質が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子が下記一般式で現される化合物を含むことを特徴とする発光素子。

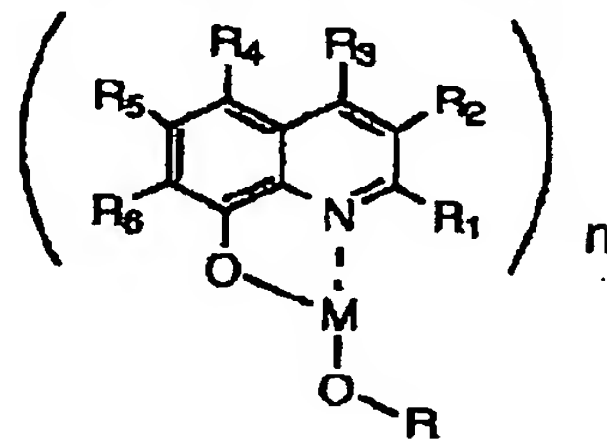
【化1】



(ここでR1~R6は、水素、ハロゲン、アルキル、シクロアルキル、フロロアルキル、アルコキシ、アミノ、シアノ、アリル、アリール、ベンジル、フェネチル、ステリル、シンナミル、ベンジリデン、ニトロ、アシル、エステル、ホルミル基から選ばれ、Rは電子吸引性基、Mは2価以上の金属、nは中心金属の価数から1を引い

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】陽極と陰極の間に発光を司る物質が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素



(ここでR1～R6は、水素、ハロゲン、アルキル、シクロアルキル、フロロアルキル、アルコキシ、アミノ、シアノ、アリル、アリール、ベンジル、フェネチル、スチリル、シンナミル、ベンジリデン、ニトロ、アシル、エステル、ホルミル基から選ばれ、Rは電子吸引性基、Mは2価以上の金属、nは中心金属の価数から1を引いた数である)

【請求項2】前記一般式において、Rが窒素原子を含む電子吸引性基であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

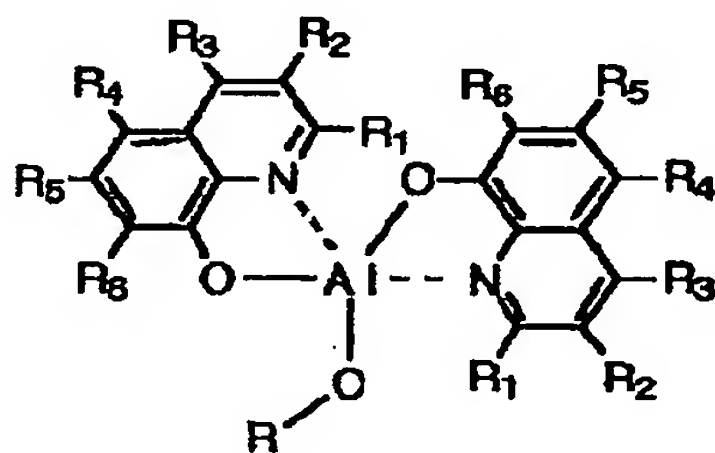
【請求項3】前記一般式において、Rが含窒素芳香族基であることを特徴とする請求項2記載の発光素子。

【請求項4】前記一般式において、Rがピリジル、ピリミジル、ピリダジル、ピラジル、トリアジル、アルキルピリジル、アルキルピリミジル、アルキルトリアジル、シアヌリル基から選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする請求項3記載の発光素子。

【請求項5】前記一般式において、Mがベリリウム、マグネシウム、アルミニウム、ガリウム、クロム、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ガリウム、インジウム、タリウムから選ばれる少なくとも一種であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項6】該発光素子が下記一般式で現される化合物を含むことを特徴とする請求項1記載の発光素子。

## 【化2】



(ここでR1は、アルキル、フロロアルキル、アリル、R2～R6は、水素、ハロゲン、アルキル、シクロアルキル、フロロアルキル、アルコキシ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ、シアノ、アリル、アリール、ベンジル、フェネチル、スチリル、シンナミル、ベンジリデン、ニトロ、アシル、エステル、ホルミル基、Rはピリ

ジ、ピリミジル、ピリダジル、ピラジル、トリアジル、アルキルピリジル、アルキルピリミジル、アルキルトリアジル、シアヌリル基から選ばれる)

## 【化1】

【請求項7】前記一般式においてR1がアルキル、フロロアルキル、アリル、R2～R6が水素、ハロゲン、アルキル、シクロアルキル、フロロアルキル、アルコキシ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ、シアノ、アリル、アリール、ベンジル、フェネチル、スチリル、シンナミル、ベンジリデン、ニトロ、アシル、エステル、ホルミル基、Rがピリジルまたは置換ピリジルから選ばれることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項8】前記一般式においてR1がアルキル、フロロアルキル、アリル、R2～R6が、水素、アルキル、アルコキシ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ、シアノ、Rはピリジルまたは置換ピリジルから選ばれることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項9】該化合物が発光を司る物質であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項10】該化合物がホスト物質であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項11】該化合物が電子輸送を司る物質であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項12】該発光素子が陽極、正孔輸送材料、発光材料、陰極からなることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項13】該発光素子の陽極、正孔輸送材料、発光材料、陰極が積層構造をとることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項14】マトリクスおよび/またはセグメント方式によって表示するディスプレイであることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項15】バックライトであることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【請求項16】バックライトであることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電気エネルギーを光に変換できる素子であって、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機、光信号発生器などの分野に利用

可能な発光素子に関する。

【0002】

【従来の技術】陰極から注入された電子と陽極から注入された正孔が両極に挟まれた有機蛍光体内で再結合する際に発光するという有機積層薄膜発光素子の研究が近年活発に行われるようになってきた。この素子は、薄型、低駆動電圧下での高輝度発光、蛍光材料を選ぶことによる多色発光が特徴であり注目を集めている。

【0003】この研究は、コダック社のC. W. Tangらが有機積層薄膜素子が高輝度に発光することを示して以来( Appl. Phys. Lett. 51(12) 21, p. 913, 1987)、多くの研究機関が検討を行っている。コダック社の研究グループが提示した有機積層薄膜発光素子の代表的な構成は、ITOガラス基板上に正孔輸送性のジアミン化合物、発光層である8-ヒドロキシキノリンアルミニウム、そして陰極としてMg:Agを順次設けたものであり、10V程度の駆動電圧で1000cd/m<sup>2</sup>の緑色発光が可能であった。現在の有機積層薄膜発光素子は、上記の素子構成要素の他に電子輸送層を設けているものなど構成を変えているものもあるが、基本的にはコダック社の構成を踏襲している。

【0004】多色発光の中でも青色発光は、有用なる発光色として研究が進められている。例えば、1, 1', 4, 4'-テトラフェニルブタジエン、オキサジアゾール誘導体、ジスチリルベンゼン誘導体、ビス(2-メチル-8-キノリノラト)ヒドロキシアリルアルミニウム誘導体、N, N'-ジフェニル-N, N'-ジ(3-メチルフェニル)-4, 4'-ジアミン、アントラセン、ポリ(p-フェニレン)などが知られている。これらの化合物は、正孔輸送材料と発光材料との積層によって青色発光が可能であり、更に電子輸送材料を積層することによって素子の発光特性を向上させることもできる。中には4, 4'-ビス(3-メチルフェニル)アミノ-1, 1'-ビフェニルの様に正孔輸送性の材料の場合、オキサジアゾールやトリアゾール系の電子輸送性材料と積層して青色発光を取り出す場合もある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、従来の青色発光材料は、発光特性が低いため、同じ輝度で消費電力を緑色発光と比較した場合、かなり高いものになる。従って、実用的には更に改善を必要とされているし、駆動電流も高いため素子にかかる負担も大きく一般的に素子寿命も短い。

【0006】本発明は、かかる問題を解決し、低電流下でも高輝度発光が可能な安定な青色発光素子を提供することを目的とするものである。

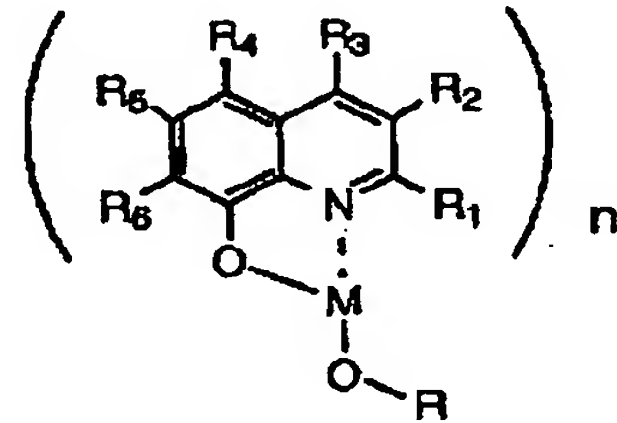
【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は上記目的を達成するために、「陽極と陰極の間に発光を司る物質が存在

し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子が下記一般式で現される化合物を含むことを特徴とする発光素子。

【0008】

【化3】



(ここでR1~R6は、水素、ハロゲン、アルキル、シクロアルキル、フロロアルキル、アルコキシ、アミノ、シアノ、アリル、アリアル、ベンジル、フェネチル、スチリル、シンナミル、ベンジリデン、ニトロ、アシル、エステル、ホルミル基から選ばれ、Rは電子吸引性基、Mは2価以上の金属、nは中心金属の価数から1を引いた数である。 )とするものである。

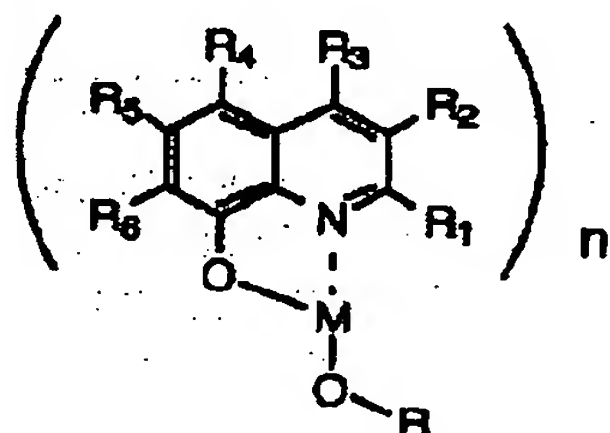
【0009】

【発明の実施の形態】本発明において陽極は、光を取り出すために透明であれば酸化錫、酸化インジウム、酸化錫インジウム(ITO)などの導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリアニリンなどの導電性ポリマなど特に限定されるものでないが、ITOガラスやネサガラスを用いることが特に望ましい。透明電極の抵抗は素子の発光に十分な電流が供給できればよいので限定されないが、素子の消費電力の観点からは低抵抗であることが望ましい。例えば300Ω/□以下のITO基板であれば素子電極として機能するが、現在では10Ω/□程度の基板の供給も可能になっていることから、低抵抗品を使用することが特に望ましい。ITOの厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶ事ができるが、通常100~300nmの間で用いられることが多い。また、ガラス基板はソーダライムガラス、無アルカリガラスなどが用いられ、また厚みも機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、0.5mm以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、SiO<sub>2</sub>などのバリアコーティングを施したソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用できる。ITO膜形成方法は、電子ビーム法、スパッタリング法、化学反応法など特に制限を受けるものではない。

【0010】陰極は、電子を本有機物層に効率良く注入できる物質であれば特に限定されないが、一般に白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウム、インジウム、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウ



ムなどがあげられるが、電子注入効率をあげて素子特性を向上させるためにはリチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムまたはこれら低仕事関数金属を含む合金が有効である。しかし、これらの低仕事関数金属は、一般に大気中で不安定であることが多く、例えば、有機層に微量のリチウムやマグネシウム（真空蒸着の膜厚計表示で1 nm以下）をドーピングして安定性の高い電極を使用する方法が好ましい例として挙げることができるが、特にこれに限定されるものではない。更に電極保護のために白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウム、インジウムなどの金属、またはこれら金属を用いた合金、そしてシリカ、チタニアなどの無機物、ポリビニルアルコール、塩化ビニル、炭化水素系高分子などを積層することが好ましい例として挙げられる。これらの電極の作製法も抵抗加熱、電子線、スパッタリング、イオンプレーティング、コーティングなど導通を取ることができれば特に制限されない。発光を司る物質とは、1) 正孔輸送層/発光層、2) 正孔輸送層/発光層/電子輸送層、3) 発光層/電子輸送層、そして、4) 以上の組み合わせ物質を一層に混合した形態のいずれであってもよい。即ち、素子構成としては、上記1)~3)



(ここでR1~R6は、水素、ハロゲン、アルキル、シクロアルキル、フロロアルキル、アルコキシ、アミノ、シアノ、アリル、アリール、ベンジル、フェネチル、スチリル、シンナミル、ベンジリデン、ニトロ、アシル、エステル、ホルミル基から選ばれ、Rは電子吸引性基、Mは2価以上の金属、nは中心金属の価数から1を引いた数である)

即ち、8-キノリノール骨格と比較的分子量の小さい電子吸引性基Rを金属の配位子として用いた金属錯体は、固体状態においても濃度消光現象を起こすことなく極めて強い青色の蛍光を発することを見いだした。電子吸引性基Rとして好ましいのは窒素原子を有するものであり、含窒素芳香族基であることがさらに好ましく、具体的にはピリジル、ピリミジル、ピリダジル、ピラジル、トリアジル、アルキルピリジル、アルキルピリミジル、アルキルトリアジル、シアヌリル基から選ばれる少なくとも一種であることが好ましい。

【0013】本発明において、金属錯体に比較的分子量の小さい電子吸引性基を導入するために、8-キノリノール骨格の2位に立体障害性のある置換基を導入すると

の多層積層構造の他に4)のように発光材料単独または発光材料と正孔輸送材料および/または電子輸送材料を含む層を一層設けるだけでもよい。

【0011】正孔輸送層は正孔輸送性物質単独または二種類以上の物質を積層、混合するか正孔輸送性物質と高分子結着剤の混合物により形成され、正孔輸送性物質としてはN, N'-ジフェニル-N, N'-ジ(3-メチルフェニル)-4, 4'-ジフェニル-1, 1'-ジアミンなどのトリフェニルアミン類、ビス(N-アリルカルバゾール)類、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、オキサジアゾール誘導体やフタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体に代表される複素環化合物、ポリマー系では前記単量体を側鎖に有するポリカーボネートやスチレン誘導体、ポリビニルカルバゾール、ポリシランなどが好ましいが、素子作製に必要な薄膜を形成し、陽極から正孔が注入できて、さらに正孔を輸送できる化合物であれば特に限定されるものではない。

【0012】本発明に関する青色発光材料は、下記一般式で示されるものである。

【化4】

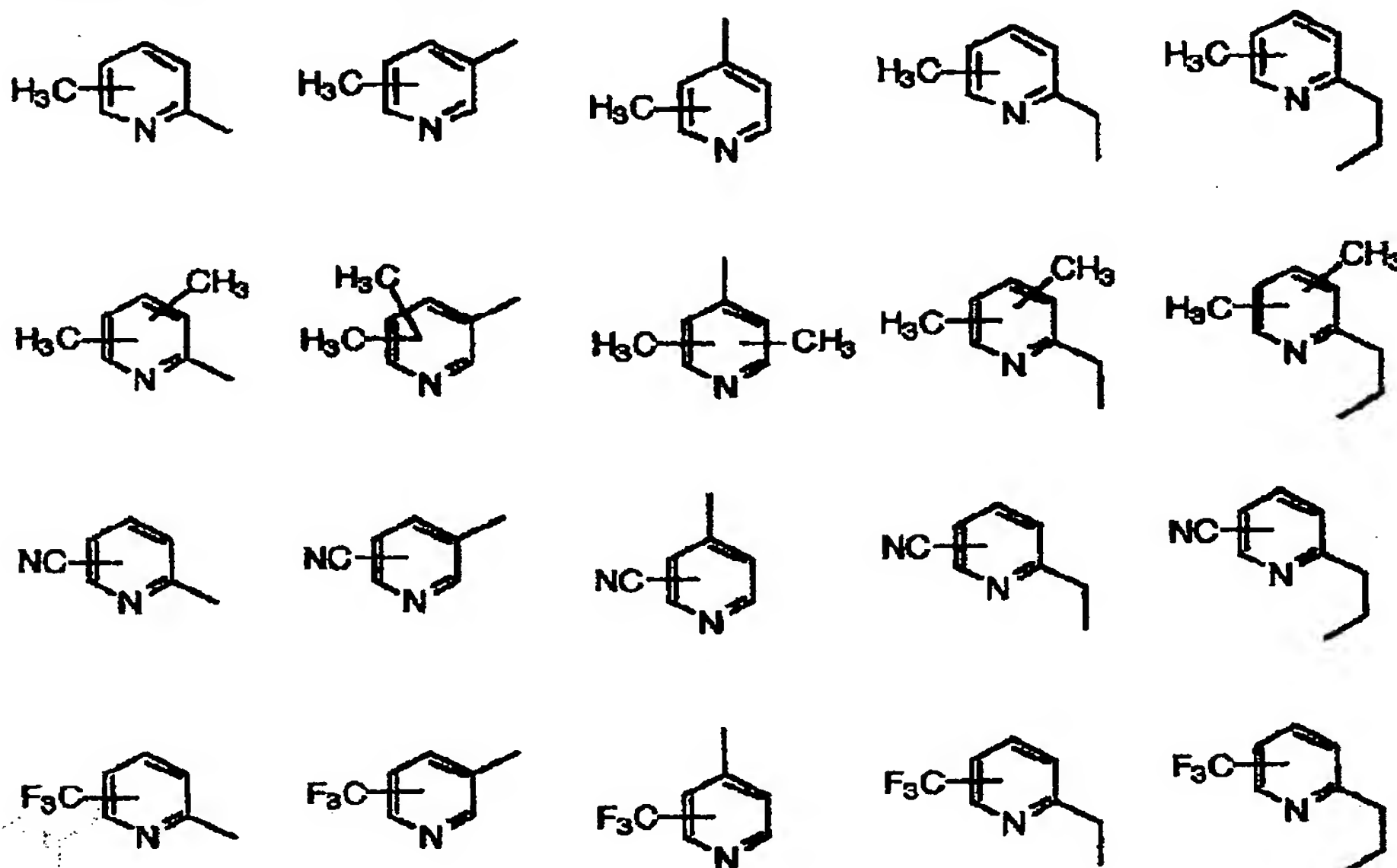
いう方法を利用している。立体障害性の置換基としてのR1は、メチル基、フェニル基、縮合シクロヘキシル(即ち10-ヒドロキシテトラヒドロキシアクリジン)、縮合ベンゼン(即ち10-ヒドロキシアクリジン)が知られているが、トリフロロメチルなどのフロロアルキル基、ピリジル基、スチリル基なども好適な例としてあげることができる。R2~R6は本発光材料の薄膜形成能、蛍光強度、蛍光波長に強い影響を及ぼす。例えばアルキル、シクロアルキル、フロロアルキル、エステル、ホルミル基などは、ピンホールを減らす薄膜形成能力向上に有効であり、ハロゲン、アルコキシ、アミノ、シアノ、アリル、アリール、ベンジル、フェネチル、スチリル、シンナミル、ベンジリデン、ニトロ、アシル基は、蛍光強度や蛍光波長を好ましい値に設定するのに有効に働く。中でも、アルコキシ、アミノ基は蛍光強度を強くする作用があり、シアノ基は電子輸送能力を向上させるに好適な置換基である。電子吸引性基Rにおいて「比較的分子量の小さい」とは、2置換キノリノールの立体障害の影響を受けずに金属に配位できるという意味で、特に定量的な分子量の規定はない。また、電子

吸引性基Rは、ピリジル、ピリミジル、ピリダジル、ピラジル、トリアジル、アルキルピリジル、アルキルピリミジル、アルキルトリアジル、シアヌリル基が好ましいが、これらにもアルキル、フロロアルキル、ハロゲン、シアノ、ニトロ基などが置換していてもよい。

【0014】以下に電子吸引性基Rの代表的な構造の一例を示すがこれに限定されるものではない。

【0015】

【化5】



Mは、2価以上の金属であり、ベリリウム、マグネシウム、アルミニウム、ガリウム、クロム、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ガリウム、インジウム、タリウムから選ばれることが好ましい。金属Mは、蛍光強度のことを考えると遷移元素より典型元素の方が好ましい。また、Rの配位サイトを残すようにキノリノラトリガンドを金属Mに配位させるためには、R1と金属Mとの組み合わせが重要になる。例えばR1がメチル基の場合には、アルミニウムはRの配位サイトを残すが、ベリリウム、ガリウム、鉄、亜鉛、銅は配位サイトを残さない。素子としての総合的特性を考慮すると、アルミニウム、ベリリウム、ガリウムが好適な金属Mとしてあげることができる。

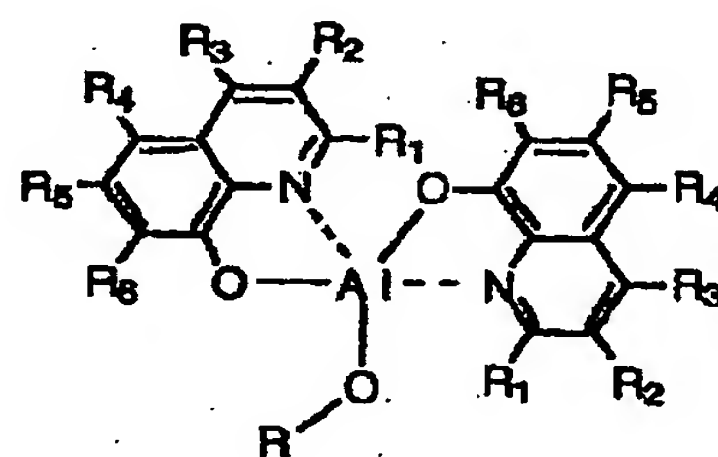
【0016】配位数nは、金属Mの価数からRの配位サイト分の1を引いた数となる。従って金属Mの価数は2以上でなくてはならないが、Rの配位サイトが2以上である場合も実際にはある。

【0017】以上から具体的には下記一般式で示される

化合物が最も好ましい。

【0018】

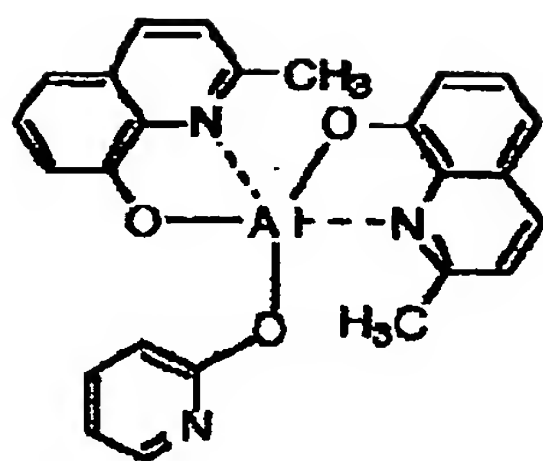
【化6】



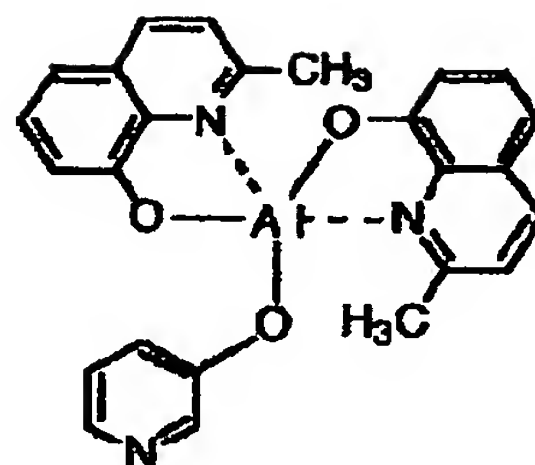
以下に本発明の化合物の代表的な構造の一例を示すがこれに限定されるものではない。

【0019】

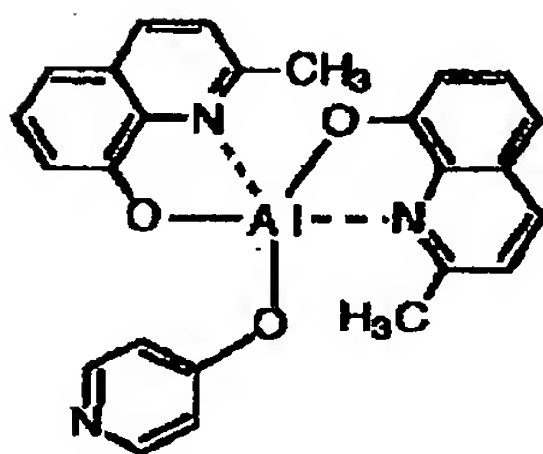
【化7】



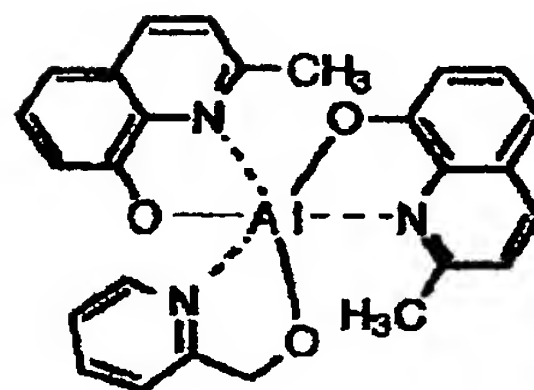
化合物1



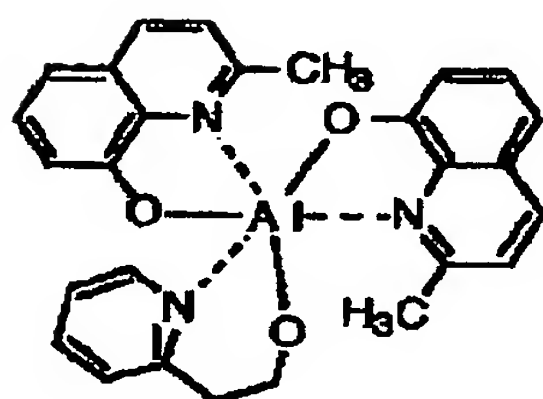
化合物2



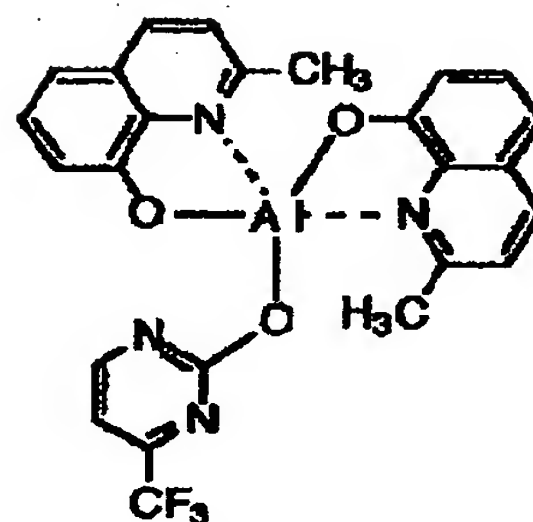
化合物3



化合物4



化合物5



化合物6

これらの青色発光材料は単独で発光層を形成するが、発光効率の向上や色純度向上、さらには青色発光以外の色を発光させる場合にはドーピングの手法が用いられる。本発明に関する発光体はこのドーピングにおいて、ホスト材料としてもゲスト材料としても用いることが可能であるが、特にホスト材料として用いた例ではホスト材料である本青色発光材料中に第二の（場合に因っては二つ以上の）蛍光体を分散させることになる。特に青色材料をホスト材料にすることのメリットは、青色が一番高いエネルギー状態にあるため、通常のカラードisplayに必要な緑と赤色発光が可能になるということである。

青色系ドーパントとしては、クマリン、オキサジアゾール、トリアゾール、テルフェニル、クオターフェニル、オキサゾール、ビススチリルベンゼン、テトラフェニルブタジエン、トリフェニルアミン、カルバゾール、アントラセンなどの誘導体を用いられる。緑色系ドーパントとしては、クマリン、キナクリドン、ルブレ、キノリノラト金属錯体、テトラフェニルシクロペンタジエンなどの誘導体を用いられる。そして、赤色系ドーパントとしては、ピラニリデン、フェノキサジン、ローダミン、シアニンなどの誘導体を用いられる。ドーパ量は、多い方が発光効率が上がると考えられるが、多く



の蛍光体は高濃度になると濃度消光現象が起こる。従って、ドーパントによって最適濃度が存在する。多くのドーパントの場合、ホストに対するドーパントの濃度は10%以下、好ましくは5%以下、更に好ましくは1%以下であることが多い。ドーピング方法は、蒸着における共蒸着、混合蒸着、または混合塗布法などがある。

【0020】電子輸送性物質としては、電界を与えられた電極間において陰極からの電子を効率良く輸送することが必要で、電子注入効率が高く、注入された電子を効率良く輸送することが望ましい。そのためには電子親和力が大きく、しかも電子移動度が大きく、さらに安定性に優れ、トラップとなる不純物が製造時および使用時に発生しにくい物質であることが要求される。本発明に関する青色発光材料は、電子輸送性能も兼ね備えているので、発光材料だけではなく電子輸送層の材料としても有用である。従って、本化合物は何等発光することなく電子のみを素子の中で輸送する役割も果たすし、発光層兼電子輸送層として働かせることも可能である。また、本発明に関する材料は、オキサジアゾール、トリアゾール、フェナントロリン、キノリノラト金属錯体などの誘導体と混合して用いることもできる。本発明に関する材料が発光材料である場合は、前記オキサジアゾール、トリアゾール、フェナントロリン、キノリノラト金属錯体などの誘導体を単独または二種類以上混合して用いてもよい。

【0021】以上の正孔輸送層、発光層、電子輸送層に用いられる材料は単独で各層を形成することができるが、高分子結着剤としてポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサイド、ポリブタジエン、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリサルホン、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン樹脂などの溶剤可溶性樹脂や、フェノール樹脂、キシレン樹脂、石油樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などの硬化性樹脂などに分散させて用いることも可能である。

【0022】発光を司る物質の形成方法は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着、スパッタリング、分子積層法、コーティング法など特に限定されるものではないが、通常は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着が特性面で好ましい。層の厚みは、発光を司る物質の抵抗値にもよるので限定することはできないが、経験的には10~1000nmの間から選ばれる。

【0023】電気エネルギーとは主に直流電流を指すが、パルス電流や交流電流を用いることも可能である。電流値および電圧値は特に制限はないが、素子の消費電力、寿命を考慮するとできるだけ低いエネルギーで最大

の輝度を得られるようにするべきである。

【0024】本発明におけるマトリクスとは、表示のための画素が格子状に配置されたものをいい、画素の集合で文字や画像を表示する。画素の形状、サイズは用途によって決まる。例えばパソコン、モニター、テレビの画像および文字表示には、通常一辺が300 $\mu$ m以下の四角形の画素が用いられるし、表示パネルのような大型ディスプレイの場合は、一辺がmmオーダーの画素を用いることになる。モノクロ表示の場合は、同じ色の画素を配列すればよいが、カラー表示の場合には、赤、緑、青の画素を並べて表示させる。この場合、典型的にはデルタタイプとストライプタイプがある。尚、本発明における発光素子は青色発光部分だけでなく、ドーピングによって緑や赤色に発光させることも可能であるので、前記表示方法を用いれば、マルチカラーまたはフルカラー表示もできる。そして、このマトリクスの駆動方法としては、線順次駆動方法やアクティブマトリクスのどちらでもよい。線順次駆動の方が構造が簡単であるという利点があるが、動作特性を考慮した場合、アクティブマトリクスの方が優れる場合があるので、これも用途によって使い分けることが必要である。

【0025】本発明におけるセグメントタイプとは、予め決められた情報を表示するようにパターンを形成し、決められた領域を発光させることになる。例えば、デジタル時計や温度計における時刻や温度表示、オーディオ機器や電磁調理器などの動作状態表示、自動車のパネル表示などがあげられる。そして、前記マトリクス表示とセグメント表示は同じパネルの中に共存していてもよい。

【0026】本発明におけるバックライトとは、主に自発光しない表示装置の視認性を向上させる目的に使用され、液晶表示装置、時計、オーディオ機器、自動車パネル、表示板、標識などに使用される。特に液晶表示装置、中でも薄型化が課題となっているパソコン用途のバックライトとしては、従来方式のものが蛍光灯や導光板からなっているため薄型化が困難であることを考えると本発明におけるバックライトは、薄型、軽量が特徴になる。

【0027】

【実施例】以下、実施例および比較例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。

【0028】参考例1 ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)-3-ピリジノラトアルミニウムの合成  
o-アミノフェノール(6.48g)と濃塩酸(40ml)を混合して100℃で1時間加熱攪拌した。この溶液に3-ペンテン-2-オン(10.0g)を20分かけて滴下した。120℃で6時間反応させた後、一夜放置した。本反応溶液に炭酸水素ナトリウムを少量ずつ加えて弱アルカリ性にした。この反応溶液を水蒸気蒸留し

たところ、蒸留物として固体が得られたので、逕別してからエチルアルコール：水で再結晶し、2,4-ジメチル-8-キノリノールを得た。

【0029】20mlのエチルアルコール中にアルミニウムイソプロポキシド(0.29g)と2,4-ジメチル-8-キノリノールを入れて2時間加熱還流した。この溶液中に3-ヒドロキシピリジンにエチルアルコール溶液10mlを滴下後、4時間加熱還流した。室温に冷却後、エチルアルコールを減圧留去して濃縮したところ、沈殿が析出したので逕別しビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)-3-ピリジノラトアルミニウムを得た。

#### 【0030】実施例1

ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板(15Ω/□、電子ビーム蒸着品)を所定の大きさに切断、エッチング後、洗浄を行った。これを使用前にUV-オゾン洗浄して直ちに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が $5 \times 10^{-6}$ Torr以下になるまで排気した。正孔輸送材料であるTPDを抵抗加熱方式によって0.3nm/秒の速度で130nm蒸着し、続いて化合物1を100nmの厚さに蒸着した。次に5×5mm角素子ができるようにマスクを装着した後、リチウムを0.1nm/秒の速度で1nm、最後に銀を0.5nm/秒の速度で150nm蒸着して5×5mm角の素子を作製した。

【0031】この発光素子は5Vから発光が見られ、8V-3.7mAで329cd/m<sup>2</sup>の発光輝度を示し、最高輝度は8930cd/m<sup>2</sup>であった。また、CIE色度座標は、 $x=0.199$ ,  $y=0.370$ であった。

#### 【0032】実施例2

発光材料を化合物2に代えた以外は、実施例1と同様にして素子を作製した。この発光素子は4Vから発光が見られ、6V-3.2mAで132cd/m<sup>2</sup>の発光輝度を示し、最高輝度は9370cd/m<sup>2</sup>であった。また、CIE色度座標は、 $x=0.283$ ,  $y=0.498$ であった。

#### 【0033】実施例3

発光材料を化合物3に代えた以外は、実施例1と同様にして素子を作製した。この発光素子は5Vから発光が見られ、9V-3.3mAで268cd/m<sup>2</sup>の発光輝度を示し、最高輝度は11940cd/m<sup>2</sup>であった。また、CIE色度座標は、 $x=0.246$ ,  $y=0.453$ であった。

#### 【0034】実施例4

発光材料を化合物4に代えた以外は、実施例1と同様にして素子を作製した。この発光素子は7Vから発光が見られ、13V-3.5mAで352cd/m<sup>2</sup>の発光輝度を示し、最高輝度は11630cd/m<sup>2</sup>であった。また、CIE色度座標は、 $x=0.214$ ,  $y=0.4$

46であった。

#### 【0035】実施例5

ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板(15Ω/□、電子ビーム蒸着品)を所定の大きさに切断、エッチング後、洗浄を行った。これを使用前にUV-オゾン洗浄して直ちに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が $5 \times 10^{-6}$ Torr以下になるまで排気した。正孔輸送材料であるTPDを抵抗加熱方式によって0.3nm/秒の速度で130nm蒸着し、続いてビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラト)-3-ピリジノラトアルミニウムを100nmの厚さに蒸着した。次に5×5mm角素子ができるようにマスクを装着した後、リチウムを0.1nm/秒の速度で1nm、最後に銀を0.5nm/秒の速度で150nm蒸着して5×5mm角の素子を作製した。

【0036】この発光素子は3Vから5cd/m<sup>2</sup>の発光が見られ、6V-2.4mAで438cd/m<sup>2</sup>の発光輝度を示し、最高輝度は8250cd/m<sup>2</sup>であった。また、CIE色度座標は、 $x=0.205$ ,  $y=0.421$ であった。

#### 【0037】実施例6

ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板(15Ω/□、電子ビーム蒸着品)を所定の大きさに切断、エッチング後、洗浄を行った。これを使用前にUV-オゾン洗浄して直ちに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が $5 \times 10^{-6}$ Torr以下になるまで排気した。正孔輸送材料であるTPDを抵抗加熱方式によって0.3nm/秒の速度で130nm蒸着した。続いて化合物2(99.7重量%)をホストとし、3,6-ジメチルアミノ-2,5-ピラジンジカルボニトリル(0.3重量%)をドーパントとして、共蒸着によって100nmの厚さに蒸着した。次に5×5mm角素子ができるようにマスクを装着した後、リチウムを0.1nm/秒の速度で1nm、最後に銀を0.5nm/秒の速度で150nm蒸着して5×5mm角の素子を作製した。

【0038】この発光素子は6Vから2cd/m<sup>2</sup>の発光が見られ、10V-9.0mAで258cd/m<sup>2</sup>の黄色発光輝度を示し、最高輝度は1528cd/m<sup>2</sup>であった。

#### 【0039】実施例7

実施例6でドーパントとして3,6-ジメチルアミノ-2,5-ピラジンジカルボニトリルの代わりにペリレンを1.0重量%用いた以外は同様にして素子を作製したところ、この発光素子は3Vから2cd/m<sup>2</sup>の発光が見られ、6V-2.2mAで452cd/m<sup>2</sup>の発光輝度を示し、最高輝度は7830cd/m<sup>2</sup>であった。また、CIE色度座標は、 $x=0.160$ ,  $y=0.210$ であった。

#### 【0040】比較例1

発光材料をビス(2-メチル-8-キノリノラト)-2-フェニルフェノラトアルミニウムに代えた以外は、実施例1と同様にして作製した。

【0041】この発光素子は9Vから発光が見られ、13V-1.35mAで299cd/m<sup>2</sup>の発光輝度を示し、最高輝度は4830cd/m<sup>2</sup>であった。また、C

IE色度座標は、 $x=0.236$ 、 $y=0.486$ であった。

【0042】

【発明の効果】本発明は、電気エネルギーの利用効率の高い青色発光素子を提供できるものである。